

Studi Pengaruh Variasi Suhu Perlakuan Panas Terhadap Strukturmikro dan Korosifitas pada Pelapisan SS 410 Menggunakan Komposit Ni-P-Nano Partikel  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Yulinda Lestari)



Homepage: <http://jusami.batan.go.id>

Jurnal Sains Materi Indonesia

Akreditasi LIPI  
No.: 602/AU3/P2MI-LIPI/03/2015  
Tanggal 15 April 2015  
ISSN : 1411-1098

## STUDI PENGARUH VARIASI SUHU PERLAKUAN PANAS TERHADAP STRUKTURMIKRO DAN KOROSIFITAS PADA PELAPISAN SS 410 MENGGUNAKAN KOMPOSIT Ni-P-NANO PARTIKEL $\text{Al}_2\text{O}_3$

Yulinda Lestari<sup>1</sup>, Efendi Mabururi<sup>1</sup> dan Anne Zulfia Syahrial<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI

Gedung 470, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan

<sup>2</sup> Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik - Universitas Indonesia

Kampus Baru UI, Depok

E-mail: [yuli021@lipi.go.id](mailto:yuli021@lipi.go.id)

Diterima: 19 Desember 2016

Diperbaiki: 17 Maret 2017

Disetujui: 5 April 2017

### ABSTRAK

**STUDI PENGARUH VARIASI SUHU PERLAKUAN PANAS TERHADAP STRUKTURMIKRO DAN KOROSIFITAS PADA PELAPISAN SS 410 MENGGUNAKAN KOMPOSIT Ni-P-NANO PARTIKEL  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .** Pelapisan material *Stainless Steel* 410 dengan komposit Ni-P-nano powder  $\text{Al}_2\text{O}_3$  menggunakan metode *electroless* kodeposisi sangat tergantung pada tingkat penggabungan lapisan komposit tersebut antara matriks Ni-P dan penguat nano partikel  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Hal ini berpengaruh pada keunggulan sifat lapisan komposit seperti ketahanan korosi yang baik, laju deposisi yang cepat, keseragaman deposit yang dihasilkan dan ketahanan kimia yang baik. Pada penelitian ini, parameter yang divariasi adalah suhu perlakuan panas setelah proses *electroless* kodeposisi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui fenomena strukturmikro, fasa dan kristalinitas, komposisi kimia dan distribusi unsur di permukaan *coating*, dan ketahanan korosi komposit *coating* Ni-P-nano partikel powder  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Substrat yang digunakan yaitu *Stainless Steel* 410 di-pretreatment untuk mengaktifasi permukaan, kemudian direndam dalam larutan yang terdiri dari nikel sulfat, natrium *hypophosphite*, ammonium sulfat, sodium asetat, lead asetat dan serbuk nano alumina. Substrat direndam selama 60 menit, dalam suhu proses  $90 \pm 2^\circ\text{C}$  dengan kecepatan putaran 150 rpm. Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan alat SEM-EDS, XRD, dan CMS. Dari hasil percobaan menunjukkan terdapat perbedaan visual permukaan substrat antara logam dasar, setelah proses *electroless coating* dan setelah perlakuan panas. Berdasarkan variabel percobaan, untuk suhu perlakuan panas yang optimum adalah  $400^\circ\text{C}$ , dimana terbentuk strukturmikro dari nodular menjadi butiran yang lebih teratur dan merata serta memiliki ketahanan korosi yang paling baik.

**Kata kunci:** Pelapisan Material, Electroless Kodeposisi, Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Perlakuan panas, Struktur Mikro, Kristalinitas, Ketahanan korosi

### ABSTRACT

**THE STUDY OF INFLUENCE HEAT TREATMENT TEMPERATURE ON THE MICROSTRUCTURE AND CORROSIVITY OF COATING SS 410 USING COMPOSITE Ni-P-PARTICLE NANO  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .** The Ni-P-particle nano powder  $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite coating have been prepared by electroless codeposition method. It has advantage that the process does not require an electrode, fast deposition rate, good corrosion and wear resistance. In this study, the variable parameters is the heat treatment temperatures after electroless codeposition process. The aim of this research is to determine microstructure phenomenon, phase and crystalinity, chemical composition and distribution on coating surface, and corrosivity Ni-P-nano powder  $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite coating. The substrate is used stainless steel 410. Substrates have been pre treated in order to activate the surface. Then, substrate immersed in solution that consisting of nickel sulfate, sodium hypophosphite, ammonium sulfate, sodium acetate, lead acetate dan nano alumina powder. The substrate

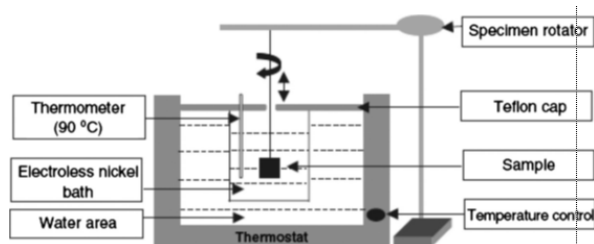
is immersed about 60 minutes at a  $90 \pm 2^\circ\text{C}$  temperature with speed of 150 rpm. Sample characterization has done by SEM-EDS, XRD, and CMS. Results indicate there is a visual difference on coating surface before and after heat treatment process. Based on variable experiment, the optimum heat treatment temperature is  $400^\circ\text{C}$  which have given the best microstructure and most excellent corrosion resistance.

**Keywords :** Material plating, Electroless co-deposition, Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Heat Treatment, Microstructure, Crystalinity, Corrosion Resistance

## PENDAHULUAN

SS 410 merupakan material yang paling banyak digunakan di industri turbin *blade* ini hampir 90% pemakaiannya. Turbin blade ini merupakan bagian yang paling rentan terkena korosi dan erosi yaitu yang terkena beban dan pergerakan paling banyak. Oleh karena itu, untuk meningkatkan sifat-sifat material dan ketahanan korosinya dilakukan pelapisan. Pelapisan SS 410 dengan Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  ini menggunakan metode *electroless* kodeposisi yaitu deposisi logam yang menggunakan proses reduksi autokatalitik dan tidak menggunakan elektroda, dan reaksi autokatalitik pada permukaan logam telah dimulai setelah nukleasi.

Aspek dasar yang dibutuhkan dalam sebuah *electroless bath* yaitu konsentrasi ion logam utama, *reducing agents*, *complexing agents*, *bath stabilizers*, kontrol pH dan suhu. Dalam proses deposisi *electroless*, ion logam direduksi ke logam dengan bantuan bahan kimia *reducing agents*, prinsipnya seperti donor elektron. Ion logam merupakan penerima elektron, yang bereaksi dengan donor elektron. Proses ini autokatalitik, dimana mempercepat reaksi kimia *electroless* mengikuti oksidasi *reducing agent* yang digunakan. Berikut diagram dasar peralatan yang biasa digunakan dalam percobaan *electroless* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1:



Gambar 1. Diagram dasar peralatan dalam percobaan Electroless [1].

Banyak *reducing agent* yang telah dikomersialisasi seperti *sodium hypophosphite*, *amino boranes*, *sodium borohydride*, dan *hydrazine*. Dalam penelitian ini dipilih *reducing agent sodium hypophosphite* karena deposisi *electroless* dengan *hypophosphite bath* memiliki banyak kelebihan dibandingkan dengan boron atau *hydrazine bath*. *Hypophosphite bath* biayanya lebih murah dan memberikan ketahanan korosi yang lebih baik [2]. Percobaan penggabungan partikel di fasa kedua dalam *electroless* matriks nikel ini dimulai dari tahun 1960an [3]. Keuntungan utama pembuatan *coating* komposit dengan *electroless* kodeposisi adalah

bentuknya mengikuti geometri yang sesuai dan mengeliminasi penggunaan *finishing* mekanik [4].

*Electroless coating* komposit dibentuk dengan tumbukan dan pengendapan partikel pada permukaan benda kerja, dan selanjutnya partikel ini diselubungi dengan matriks material seperti yang dilapisinya. Tidak ada ikatan molekul antara partikel dan matriks logam [5]. Beberapa faktor yang mempengaruhi penggabungan patikel keras/halus ke dalam matriks *electroless* Ni-P yaitu bentuk dan ukuran partikel, densitas relatif partikel, muatan partikel, ketidakreaktifan partikel, konsentrasi partikel dalam *bath*, metode dan derajat agitasi, kesesuaian partikel dengan matriks dan orientasi bagian yang dilapis [6]. Reddy et al. [7] merekomendasikan bahwa untuk mencapai integritas yang lebih baik antara partikel dan matriks *electroless* Ni-P, ukuran partikel harus menjadi kecil sehingga dapat diikat oleh matriks.

Untuk mendapatkan kombinasi optimum untuk hasil *coating* yang maksimal maka parameter *coating* perlu divariasikan dengan rentang yang spesifik. Ada 3 faktor berpengaruh seperti konsentrasi dari senyawa donor nikel (larutan nikel sulfat), konsentrasi *reducing agent* (larutan sodium *hypophosphite*) dan konsentrasi partikel pengisi (serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) untuk mengontrol sifat-sifat *coating* komposit yang dihasilkan [8]. Dari penelitian sebelumnya telah didapatkan bahwa komposisi nano partikel  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang optimum adalah 10 gr/l [9]. Sehingga tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh variasi suhu perlakuan panas terhadap strukturmikro, fasa dan korosifitas *coating* Ni-P- $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan. Karena secara umum, perlakuan panas setelah proses *electroless coating* dapat memunculkan sifat unggul *coating* komposit seperti kekuatan dan ketahanan terhadap korosi karena perubahan strukturmikro akibat panas tinggi yang diberikan. Dari literatur disebutkan bahwa daerah suhu perlakuan panas yang optimal adalah sekitar  $400^\circ\text{C}$  selama 1 jam, dimana terjadi kristalisasi Ni dan presipitasi fasa  $\text{Ni}_3\text{P}$  [10].

## METODE PERCOBAAN

Pada percobaan ini digunakan substrat *Stainless steel* 410, karena aplikasi *coating* komposit ini drenanakan untuk turbin *blade* di Pembangkit listrik tenaga Panas Bumi (PLTP). Pelapisan pada *stainless steel* sulit karena masalah aktivasi pada permukaannya. Proses *pre-treatment* memegang peranan penting untuk mendapatkan pelindung *coating* yang baik pada

stainless steel. Keberhasilan deposisi tergantung dari penghilangan lapisan tipis, pasivasi permukaan lapisan oksida pada stainless steel. Hal ini diatasi dengan pembersihan awal. Substrat yang digunakan berbentuk *rod*.

Pertama-tama permukaan substrat dibersihkan secara mekanik dari produk korosi dan yang berlemak dengan larutan detergen kemudian dibilas dengan air distilasi, dan dietsa dengan  $HNO_3$  (Merck, USA) 10 mL,  $HCl$  (Merck, USA) 20 mL dan  $H_2O$  30 mL pada suhu kamar selama 2 menit setelah itu dibilas kembali dalam air distilasi. Substrat diaktivasi dalam  $PdCl_2$  (Merck, USA) 0,6 gr/l +  $HCl$  5 mL pada suhu kamar selama 10 menit, setelah itu dibilas dalam air distilasi dengan ultrasonic cleaning selama 1 menit. Terakhir, substrat dikenakan dengan  $NaH_2PO_2$  (Merck, USA) selama 10 menit kemudian dibilas dengan air distilasi dan siap untuk proses *electroless coating* [1]. Komposisi kimia logam dasar berdasarkan uji menggunakan alat Spark-OES yaitu ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Komposisi kimia standar stainless steel 410.

Elemen	%Berat
C	0,033
Mn	0,34
Si	0,68
Cr	12,8
Mo	0,002
Ni	0,155
S	0,0012
P	0,0162
Fe	85,85

Serbuk nano partikel  $Al_2O_3$  (Merck, USA) yang digunakan berukuran kira-kira 30 nm hingga 60 nm sebanyak 10 g/L. Serbuk nano alumina ini dicampur air distilasi kemudian diultrasonik selama 30 menit [11]. Komposisi bahan untuk membuat larutan dalam *bath* dipilih berdasarkan komposisi optimum dari beberapa referensi [9,12-14]. Komposisi larutan Ni-P diperlihatkan pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Komposisi bath Ni-P- $Al_2O_3$

Nikel sulfat (Merck, USA)	27 gr/l
Sodium hypophosphite (Merck, USA)	24 gr/l
Ammonium Sulfat (Merck, USA)	15 gr/l
Sodium Acetate (Merck, USA)	10 gr/l
Lead acetate (Merck, USA)	2 mg/l
Nano Powder $Al_2O_3$ (Merck, USA)	10 g/l
pH	5-6
Temperatur	90°C
Rpm	150
Perlakuan panas	300-500°C, 1 jam

Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah *grade* analitik dan penambahan air distilasi dalam *bath* hingga 250 mL. Sel elektrokimia disambungkan dengan substrat *Stainless steel* 410 yang terendam larutan *electroless* selama 60 menit. pH diatur tetap pada *range* dengan penambahan larutan asam klorida atau ammonium hidroksida. Variasi suhu diatur dan dikontrol dengan

stirrer 150 rpm. Berat deposit dievaluasi perubahannya pada berat substrat sebelum dan sesudah proses *electroless* [15]. Substrat hasil *electroless coating* kemudian di perlakuan panas dengan variasi suhu 300 °C hingga 500 °C selama 1 jam karena berdasarkan literatur merupakan waktu optimum dimana terjadi kristalisasi Ni dan presipitasi fasa  $Ni_3P$  [10]. Substrat hasil proses kemudian dikarakterisasi dengan peralatan sebagai berikut:

### Uji Strukturmikro/Nano Partikel

Bertujuan untuk mengetahui distribusi partikel dalam *coating* dan tingkat keberhasilan penggabungan partikel dalam matriks Ni-P/Ni-B. Alat yang digunakan adalah *Scanning Electron Microscope (SEM)* merk Jeol 6390a, Jepang dengan perbesaran 500x.

### Uji Fasa

Bertujuan untuk mengetahui fasa *coating* komposit yang dihasilkan apakah kristalin atau amorphous dengan cakupan sudut difraksi  $2\theta$  antara 0-100°. Diukur dengan menggunakan alat X-Ray Diffraction merk Shimadzu *XRD 7000 Maxima X*, Jepang dengan material anode Cu dan kecepatan *scan* 2 derajat/menit.

### Uji Korosi

Bertujuan untuk mengetahui ketahanan *coating* komposit yang dihasilkan terhadap lingkungan korosif. Performa sampel *coating* dalam lingkungan korosi dievaluasi dalam larutan NaCl 3,5% dengan metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*, *Electrochemical Noise (EN)*, dan *Potentiodynamic polarization* menggunakan alat *Corrosion Measurement System (CMS)* merk Gamry G750, USA dengan scan rate 1 mV/s.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Pengamatan Visual

Setelah proses *electroless coating* dilakukan proses penimbangan untuk mengetahui perubahan berat substrat kemudian diamati visualnya untuk mengetahui terdapat perbedaan sebelum dan sesudah proses. Berikut gambar visual permukaan substrat sebelum, setelah proses *electroless coating* dan sesudah proses perlakuan panas pada Gambar 2.

Dari Gambar 2 terlihat jelas ada perbedaan warna permukaan substrat SS 410 sebelum proses *electroless coating*, sesudah proses *electroless coating* dan sesudah perlakuan panas. Sebelum proses *coating*, substrat berwarna terang mengkilat memantulkan cahaya. Karena *stainless steel* terdiri dari paduan logam yang



**Gambar 2.** Pengamatan Visual: (a). sebelum proses *electroless coating* (b). setelah proses *electroless coating* dan (c). setelah proses perlakuan panas.

komposisinya sebagian besar logam Fe. Setelah proses *electroless coating*, substrat berubah warna menjadi *silver dove*, karena sudah tertutupi dengan *coating* Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Substrat yang telah dilapisi kemudian diberi perlakuan panas, menghasilkan perubahan warna substrat menjadi keemasan karena proses pembakaran suhu tinggi.

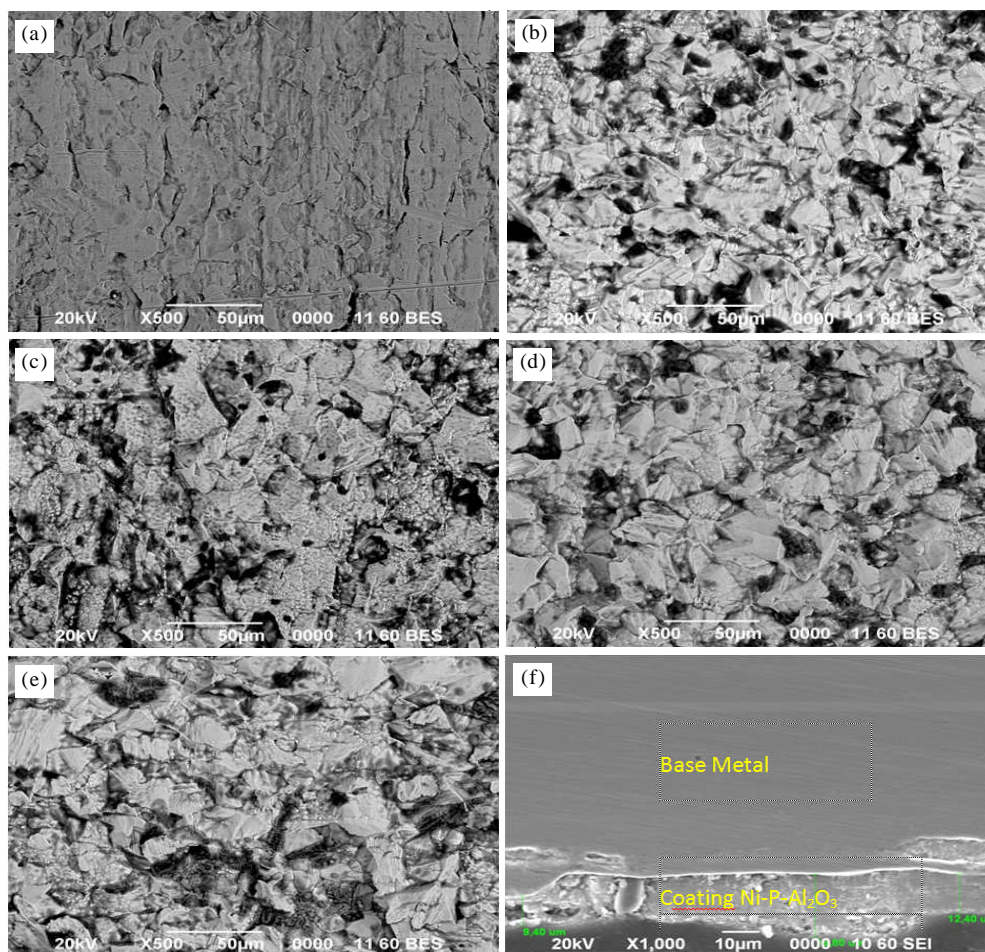
### Analisis Strukturmikro

Strukturmikro morfologi material *coating* masing-masing variabel suhu perlakuan panas ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3(a) merupakan morfologi permukaan material logam dasar SS 410 setelah dilakukan

*pre-treatment* menggunakan larutan PdCl<sub>2</sub> dan natrium *hypophosphite* sebelum proses *coating*. Proses *pre-treatment* ini penting untuk menghilangkan kotoran dan produk korosi serta mengaktifasi permukaan substrat agar *coating* dapat menempel sempurna di permukaan substrat. Substrat dengan pasif *spot* dapat menghasilkan deposisi yang tidak seragam dan menimbulkan porositas [16].

Dari Gambar 3(a) terlihat timbul guratan-guratan, hal ini dikarenakan larutan PdCl<sub>2</sub> dan natrium *hypophosphite* mengaktifasi permukaan logam agar dapat dilapisi sehingga *coating* dapat menempel. Penggabungan antara matriks dan *filler* dalam komposit penting karena berkaitan dengan sifat-sifat yang dihasilkan. Dengan menganalisis pengaruh komposisi *filler nano powder* Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maka akan didapatkan komposisi *filler* yang optimum dilihat dari strukturmikro permukaan substrat tersebar merata atau terbentuk kluster-kluster yang menandakan *nano powder* Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mengalami aglomerasi sehingga kurang sempurna proses penggabungan dengan matriks Ni-P dalam pembentukan komposit *coating*.

Komposisi *nano powder* Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 10 g/L menghasilkan *coating* yang lebih merata penyebarannya



**Gambar 3.** Strukturmikro permukaan substrat dengan variasi komposisi suhu perlakuan panas (a). Logam dasar (b). *Coating* non perlakuan panas (c). Perlakuan panas 300 °C (d). Perlakuan panas 400 °C (e). Perlakuan panas 500 °C dan (f). Penampang melintang T=400 °C.



sehingga dipilih untuk menganalisis pengaruh variasi suhu perlakuan panas. Dari Gambar 3(b) terlihat permukaan substrat sebagian besar tertutupi oleh *coating*. Tetapi tanpa perlakuan *perlakuan panas* penggabungan komposit terlihat belum merata, nodular yang terbentuk pun masih tumpang tindih dengan partikel  $Al_2O_3$ . Maka perlu dilakukan perlakuan *perlakuan panas* setelah proses *electroless coating* untuk lebih menguatkan *coating* agar tidak rapuh dan mudah mengelupas ketika di lingkungan yang ekstrim.

Suhu optimum untuk perlakuan panas *coating* Ni-P adalah 300-500 °C. Pada suhu perlakuan panas 300 °C, dari Gambar 3(c) terlihat bahwa persebaran pembentukan komposit *coating* lebih merata. Penggabungan antara nodular dan partikel terlihat merata di permukaan substrat. Perlakuan panas memberikan efek yang signifikan terhadap strukturmikro dan sifat-sifat material.

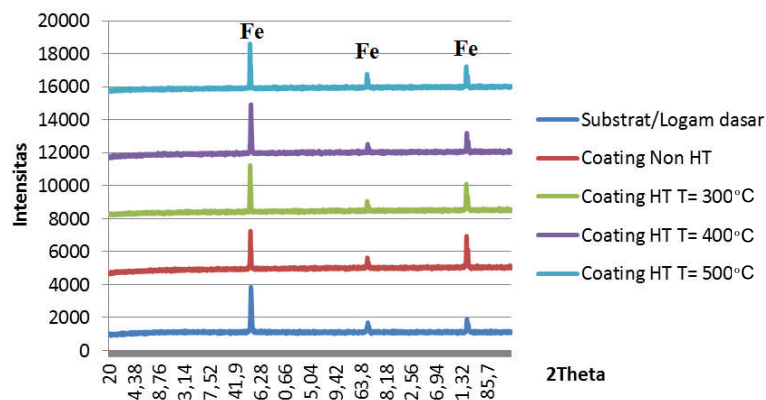
Jika *coating* tanpa perlakuan perlakuan panas permukaannya terlihat lebih *smooth* maka dari Gambar 3(d), untuk perlakuan perlakuan panas pada suhu 400 °C terbentuk struktur butir-butir kasar [17]. Suhu perlakuan panas yang tinggi mengubah struktur nodular dan partikel kecil menjadi butiran-butiran. Ukurannya lebih besar dibandingkan nodular karena pengaruh suhu yang tinggi membuat nodular bersatu membentuk butiran.

Ketika suhu perlakuan panas dinaikkan menjadi 500 °C, terlihat dari Gambar 3(e) terbentuk butiran-butiran tetapi struktur permukaannya menjadi tidak merata. Karena pada suhu 550 °C *coating* Ni-P membentuk kristalin maka pada suhu 500 °C sebagian sudah berubah menjadi kristalin.

Untuk melihat lapisan *coating* yang terbentuk maka dilakukan SEM melintang, dari Gambar 3(f) dapat terlihat terbentuk lapisan *coating* Ni-P- $Al_2O_3$  dengan rata-rata ketebalan 17  $\mu m$ .

## Analisis Fasa dan Kristalinitas

Perbandingan hasil XRD masing-masing variasi suhu perlakuan panas ditunjukkan pada Gambar 4. Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 4 menunjukkan



Gambar 4. Grafik perbandingan data XRD variasi suhu perlakuan panas.

semua *coating* yang dihasilkan memiliki struktur amorf. *Peak* tertinggi di 45° berlokasi di semua deposit *coating* nikel dimana berhubungan dengan profil amorf deposit *electroless* nikel. Jumlah partikel  $Al_2O_3$  dalam substrat terlalu rendah (kurang dari 5%w dilihat dari Tabel 3 komposisi Al dan O), sehingga puncak difraksi  $Al_2O_3$  tidak bisa terlihat di *pattern* XRD. *Peak* Fe yang terdeteksi dalam *coating* dimana ketebalan *coating* lebih rendah daripada kedalaman difusi X-ray ketika mengobservasi puncak substrat [18]. Untuk *Stainless steel* 410 yang merupakan tipe martensit dengan penambahan unsur logam lain seperti kromium dan sedikit nikel, tidak terlihat *peak*nya yang terbaca hanya *peak* Fe. Karena *peak* yang terbaca menandakan fasa bukan unsur tunggal. Ion Cr berada pada fasa *alpha* dalam *peak* Fe.

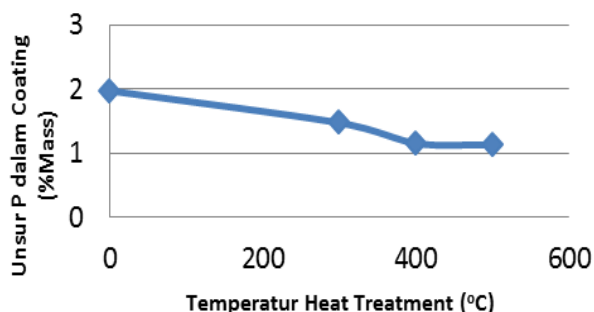
Tetapi dari data mikrostruktur telah dibahas adanya perubahan setelah proses *electroless* coating, juga data komposisi kimia yang didapatkan dari pengukuran SEM-EDAX pada Tabel 3 yang menunjukkan bahwa komposisi unsur utama pembentuk *stainless steel* semakin bertambah seiring dengan kenaikan suhu perlakuan panas sedangkan unsur pembentuk *coating* seperti Ni, P, Al dan O semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena proses perlakuan panas mengubah strukturmikro dari nodular menjadi bentuk butiran. Sehingga *coating* yang tadinya memiliki fasa amorf berubah menjadi fasa kristalin substrat *stainless steel* 410.

Table 3. Perbandingan komposisi unsur di permukaan substrat dengan variasi suhu perlakuan panas.

Unsur	% Mass				
	Logam Dasar	Non HT	HT 300°C	HT 400°C	HT 500°C
Fe	83,74	77,52	79,22	79,55	79,47
Cr	12,13	11,66	11,87	11,58	12,09
Ni	0,14	3,04	2,90	2,88	2,91
P	-	1,97	1,47	1,15	1,13
Al	-	0,27	0,21	0,16	0,02
O	-	4,43	3,35	3,40	3,31

Gambar 5 merupakan grafik perbandingan suhu perlakuan panas terhadap perubahan kandungan P dalam

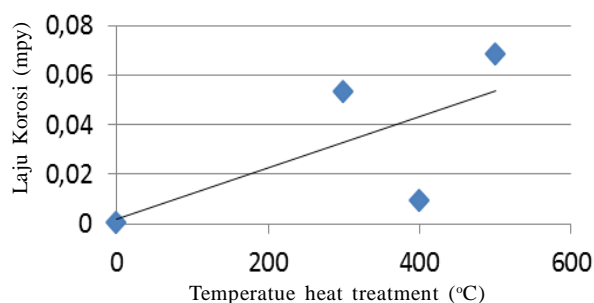
*Coating* Dari Gambar 5 terlihat penurunan kandungan unsur P dalam coating. Pengurangan komposisi unsur P pada *coating* sangat berpengaruh pada ketahanan korosinya. Secara umum, ketahanan korosi *coating* Ni-P akan meningkat seiring dengan bertambahnya kandungan P [19].



Gambar 5. Grafik perbandingan suhu perlakuan panas terhadap perubahan kandungan P dalam *coating*.

## Analisis Korosifitas

Uji korosifitas menggunakan grafik tafel pada alat CMS untuk membandingkan laju korosi antar variabel percobaan. Dari uji *tafel* ini kemudian didapatkan nilai laju korosi yang disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Grafik linier laju korosi *coating* Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi suhu perlakuan panas.

Gambar 6 menunjukkan nilai laju korosi, dimana semakin kecil laju korosi maka semakin baik ketahanan korosinya. Dari grafik tersebut terlihat laju korosi paling kecil adalah pada sampel dengan suhu perlakuan panas 400 °C. Hal ini terkait dengan perubahan bentuk strukturmikro yang awalnya nodular setelah diberi perlakuan panas berubah menjadi butiran, maka ketahanan korosinya menurun karena struktur butir cenderung mengalami inisiasi korosi dan mikro *crack* di batas butir. Hal ini diperkuat dengan data komposisi unsur di permukaan substrat pada Tabel 3 dimana komposisi unsur pembentuk *coating* seperti Ni, P, Al dan O cenderung berkurang seiring dengan kenaikan suhu perlakuan panas.

Selain uji *tafel*, dilakukan juga uji *cyclic* untuk mengetahui ketahanan korosi material dalam kondisi *cyclic* dinamis. Dari uji *cyclic* ini didapatkan data potensial repasifikasi dan potensial *pitting* seperti ditunjukkan pada Tabel 4. Data uji *cyclic* pada Tabel 4

Tabel 4. Tabel perbandingan *cyclic* dengan variasi suhu.

Sampel	Potensial Repasifikasi	Potensial <i>Pitting</i>
Tanpa Coating	-382,8 mV	-203,1 mV
Tanpa Perlakuan panas	64,69 mV	682,1 mV
Perlakuan panas 300 °C	-362,4 mV	-110,2 mV
Perlakuan panas 400 °C	-446,2 mV	319 mV
Perlakuan panas 500 °C	-244,5 mV	-199,6 mV

menunjukkan potensial repasifikasi lebih kecil dibandingkan potensial *pitting*. Hal ini menandakan tidak terjadi korosi *pitting* selama uji *cyclic* berlangsung. *Pitting* merupakan jenis korosi terlokalisasi yang menimbulkan lubang pada material, yaitu pada daerah serangan korosi dimana luasnya relatif lebih kecil dibandingkan seluruh permukaan yang terekspos.

Sedangkan repasifikasi merupakan proses ketika permukaan logam kembali menjadi pasif. Sehingga ketika repasifikasi terjadi lebih dahulu maka di permukaan logam sudah terbentuk lapisan protektif untuk melindungi permukaan dari korosi *pitting*. Pada awal imersi, terjadi ketidakstabilan arus dan semakin stabil seiring bertambahnya waktu. Arus akan fluktuatif karena lapisan pasif masih dalam proses pembentukan. Hal ini juga berhubungan dengan teori *Ion Competitive* antara oksigen terlarut dan ion klorida untuk teradsorpsi ke permukaan logam. Fenomena seperti ini juga bisa diakibatkan karena *overprotect* yang terjadi saat awal pemberian arus proteksi. Semakin bertambahnya waktu, arus semakin stabil disebabkan terjadinya passivasi pada permukaan spesimen [20]. Semakin besar nilai potensial repasifikasi maka semakin besar kebutuhan arus untuk membentuk lapisan pasif. Sehingga dari 5 variabel sampel yang diuji, sampel *coating* tanpa perlakuan panas membutuhkan waktu paling lama mencapai kondisi stabil dan membentuk lapisan pasif.

## KESIMPULAN

Berdasarkan karakterisasi dan analisis hasil percobaan *coating* Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan metode *electroless* kodeposisi maka dapat disimpulkan terdapat perubahan strukturmikro di permukaan *coating* seiring dengan naiknya suhu perlakuan panas yang awalnya berbentuk nodular menjadi butiran-butiran yang berukuran lebih besar sehingga berpengaruh pada ketahanan korosinya. Analisis fasa menunjukkan semua variasi *coating* Ni-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berada dalam fasa *amorphous* karena sedikitnya kadar Ni, P dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di permukaan substrat sehingga fasa kristalin yang terbaca hanya Fe. Komposisi kimia unsur Ni, P, Al dan O semakin berkurang seiring dengan kenaikan suhu perlakuan panas, tetapi persebaran unsur di permukaan *coating* tidak terlalu terlihat berbeda secara signifikan. Ketahanan korosi *coating* Ni-P paling baik adalah pada suhu perlakuan panas 400 °C. Dari uji *cyclic* menunjukkan *Coating*

Ni-P- $Al_2O_3$  ini tidak rentan terjadi korosi *pitting* dalam lingkungan NaCl 3,5%.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kegiatan Tematik P2MM-LIPI Tahun 2015 yang telah memberikan dana sehingga penelitian ini dapat berjalan lancar. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Angga-Mahasiswa magang dari UNSRI-Palembang karena telah membantu kegiatan penelitian ini.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. J. Sudagar, J. Lian, and W. Sha. "Electroless Nickel, Alloy, Composite and Nano Coatings-a Critical Review." *Journal of alloys and compounds*, vol. 571, pp. 183-204, 2013.
- [2]. R. Sun, G. Yu, Z. Xie, B. Hu, X. He and X. Zhang. "Influence of Hypophospite on Efficiency and Coating Qualities of Electroless Ni-P Deposits on Magnesium Alloy AZ91D." *International Journal Electrochemical Science*, vol. 10, pp. 7893-7904, 2015.
- [3]. W. Metzger and Th Florian. "The Deposition of Dispersion Hardened Coatings By Means of Electroless Nickel." *Transactions of the Institute of Metal Finishing Journal*, vol 54, no. 174, 1976.
- [4]. S.R. Allahkaram, S. Salmi, and E. Tohidlou, "An Investigation on Effect of  $TiO_2$  Nano-particles Incorporated in Electroless NiP Coatings Properties." *International Journal of Modern Physics: Conference Series*, vol. 5, pp. 833-840, 2012.
- [5]. Martin Buchtík, Petr Kosár, Jaromír Wasserbauer, and Martin Zmrzlý. "Electroless Deposition of Ni-P/ $SiO_2$  Composite Coating." *Acta Universitatis Agriculturae et Silviculturae Mendelianae Brunensis*, vol. 64, no. 5, pp. 1458-1464, 2016.
- [6]. P. Gadhari, and P. Sahoo. "Mechanism of Electro-Catalytic Oxidation of Shikimic Acid on Cu Electrode Based on in situ FT-IRs and Theoretical Calculations." *Portugaliae Electrochimica Acta*, vol. 32, no. 2, pp. 137-156, 2014.
- [7]. V. V. N. Reddy, B. Ramamoorthy, and P. K. Nair. "A study on The Wear Resistance of Electroless Ni-P/ Diamond Composite Coatings." *Wear*, vol. 239, 2000.
- [8]. SK Das, P Sahoo. "Influence Of Process Parameters on Microhardness of Electroless Ni-B Coatings", *Advances in Mechanical Engineering*, 2012.
- [9]. Y. Lestari, E. Mabururi, and A. Z. Syahrial, "Coating Composite Study of Ni-P-nano  $Al_2O_3$  with Electroless co-deposition Method." *Journal of Metallurgy & Material*, vol. 31, no. 1, pp. 51-57, 2016.
- [10]. P. Gadhari, and P. Sahoo. "Mechanism of Electro-Catalytic Oxidation of Shikimic Acid on Cu Electrode Based on In Situ FTIRS and Theoretical Calculations." *Portugaliae Electrochimica Acta*, vol. 33, no. 3, pp: 165-181, 2015.
- [11]. M. Wang, W. Yi Dan, J. Fen Li, J. Feng Ding, G. Qing Zhou, and Q. Sheng Wang. "Preparation and Characterization of  $Al_2O_3$  Nanoparticles with Dodecyl Trimethyl Ammonium Bromide as Surfactant." *AMM Journal*, vol. 9, 2013.
- [12]. Abdel Gawad, S.A., Baraka, A.M., Morsi, M.S., and Ali Eltoum, M.S. "Development of Electroless Ni-P- $Al_2O_3$  and Ni-P- $TiO_2$  Composite Coatings from Alkaline Hypophosphite Gluconate Baths and Their Properties." *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 8, pp. 1722-1734, 2013.
- [13]. T. Radu, M. Vlad, F. Potecasu, and G.G. Istrate, "Preparation and Characterization of Electroless Ni-P- $Al_2O_3$  Nanocomposite Coatings." *Journal of Nanomaterials and Bostructures*, vol. 10, pp. 1055-1065, 2015.
- [14]. I. K. Hong, H. Kim, and B. S. Lee. "Optimization of Barrel Plating Process for Electroless Ni-P Plating." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 20, pp. 3767-3774, 2014.
- [15]. S. Kundu, S. K. Das, and P. Sahoo. "Properties of Electroless Nickel at Elevated Temperature a Review." *Procedia Engineering*, vol. 97, pp. 1698-1706, 2014.
- [16]. P. Gadhari, and P. Sahoo. "Effect of Process Parameters on Corrosion Resistance of Ni-P- $Al_2O_3$  Composite Coating Using Electrochemical Impedance Spectroscopy." *Portugaliae Electrochimica Acta*, vol. 33 (1), pp. 49-68, 2015.
- [17]. P. Gadhari, and P. Sahoo, *Procedia Materials Science*, Effect of Process Parameters on Microhardness of Ni-P- $Al_2O_3$  Composite Coatings." *Procedia Materials Science*, vol. 6, pp. 623-632, 2014.
- [18]. M. Islam, M. R. Azhar, N. Fredj, and T. D. Burleigh. "Electrochemical Impedance Spectroscopy And Indentation Studies of Pure and Composite Electroless Ni-P Coatings." *Surface and Coating Technology*, vol. 236, pp. 262-268, 2013.
- [19]. S. Afroukhteh, C. Dehghanian and M. Emamy. "Preparation of Electroless Ni-P Composite Coatings Containing Nano-Scattered Alumina in Presence of Polymeric Surfactant." *Progress in Natural Science: Materials International*, vol. 22, no. 4, pp. 318-325, 2012.
- [20]. Febrianto. " Analisis Fluktuasi Arus Korosi Saat Hancurnya Lapisan Pasif dan Repasifikasi oleh Ion Klorida." *Proceeding Seminar Nasional ke-15 Teknologi dan Keselamatan PLTN Serta Fasilitas Nuklir*, 2009.